

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-168367

(43)Date of publication of application : 23.06.1998

(51)Int.Cl.

C09D 11/00

(21)Application number : 08-359473

(71)Applicant : FUJI SHIKISO KK

(22)Date of filing : 12.12.1996

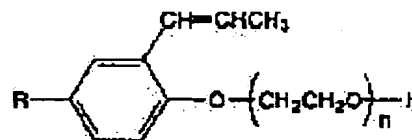
(72)Inventor : IKEMOTO ETSUO
UEDA TSUTOMU
KUGE ISHIO

(54) INK FOR INK JET RECORDING

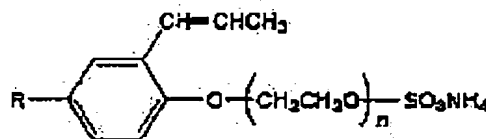
(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain the subject ink, capable of manifesting excellent pigment dispersion stability without causing any change in quality after freezing and thawing and providing a printed image excellent in water and light resistances by using a specific ethylene oxide adduct to propenylphenol as a dispersing agent.

SOLUTION: This ink for ink jet recording comprises (A) a pigment as a colorant, (B) a dispersing agent which is a compound having a structure of formula I [R is a 6-18C alkyl, alkenyl or aralkyl ;(n) is the degree of polymerization of oxyethylene] or formula II and (C) a liquid medium which is (C1) water or a mixed solvent thereof with (C2) a hydrophilic solvent (e.g. an alcohol, an alkanolamine or a glycol ether). The ink preferably contains 1-10wt.% component A therein and further the component B in an amount of 10-100 pts.wt. based on 100 pts.wt. component A.



I



II

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office



(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-168367

(43) 公開日 平成10年(1998) 6月23日

(51) Int.Cl.⁸

C 0 9 D 11/00

識別記号

F I

C 0 9 D 11/00

審査請求 未請求 請求項の数1 書面 (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願平8-359473

(22) 出願日 平成8年(1996)12月12日

(71) 出願人 591075467

富士色素株式会社

兵庫県川西市小花2丁目23-2

(72) 発明者 池本 悦雄

兵庫県川西市小花2丁目23番2号 富士色素株式会社内

(72) 発明者 上田 勉

兵庫県川西市小花2丁目23番2号 富士色素株式会社内

(72) 発明者 久下 伊志夫

兵庫県川西市小花2丁目23番2号 富士色素株式会社内

(54) 【発明の名称】 インクジェット記録用インク

(57) 【要約】

【目的】 温度変化や時間経過に対して、顔料の分散安定性が優れたインクジェット記録用インクを提供すること。

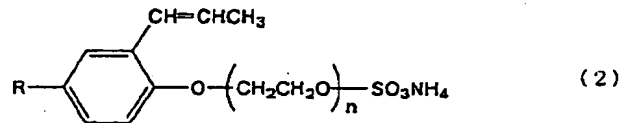
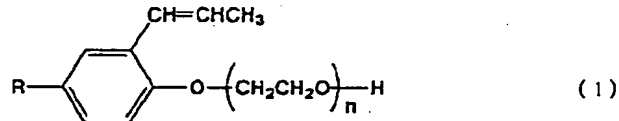
【構成】 特定の成分の選択組み合わせにより目的を達成することが可能で、より詳しくは、顔料、水単独または水と親水性溶媒の混合系である液媒体、分散剤として特定のプロペニルフェノールエチレンオキシド付加体の3種を必須成分として配合したことを特徴とするインクジェット記録用インク。

1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 着色剤として顔料、分散剤としてプロペニルフェノールエチレンオキシド付加体で下記構造式

構造式：



R：C6～18のアルキル基、アルケニル基、アラルキル基
n：オキシエチレン基の重合度

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明はインクジェット記録用インクに関するもので、とくに高温から凍結までの温度変化サイクルでの安定性に優れたインクジェット記録用インクに関するものである。

【0002】

【従来の技術】インクジェット記録方式とは、インクを吐出する機構によりいろいろな方法があるが、いずれの場合においても微細なノズルからインク液滴を吐出して記録画像をえている。

【0003】このようなインクジェット記録方式に使用するインクとしては、染料や顔料等の色素を水または水と親水性有機溶媒との混合系からなる液媒体に溶解または分散したものが使われている。

【0004】このインク中の色素としては、溶解状態で使われる染料よりも、不溶性の微粒子として使われる顔料のほうが記録画像の耐水性や耐光性の面で有利である。しかし、インクジェット記録方式においてはインクを微細なノズルから吐出しているため、顔料を微粒子状に分散安定化しないとノズル内で目詰まりを起こしたり、インクを長期にわたって貯蔵しておいた場合に顔料が凝集したりして吐出異常の原因となる。

【0005】また、粒径が細くなるほど顔料同士の凝集する力は強いので、分散剤自体の顔料分散安定化性能も、顔料を非常に細かく分散して長期にわたって安定性を保つような高性能なものが求められている。

【0006】さらに、プリンターの使用環境やプリンターあるいは補充用インクの輸送時の環境変化によっては、60℃近くの高温や凍結してしまう低温になってし

2

(1) または (2) で表される化合物、液媒体として水あるいは水と親水性溶媒との混合媒体系を含むことを特徴とするインクジェット記録用インク。

まうことがあり、とくに凝固点が高く凍結しやすい水性のインクとしては、解凍後の分散性が強く求められている。

【0007】以上のような観点から、顔料を水系媒体に分散させるには高性能の分散剤が必須であるが、安定な分散性が確保できても顔料の特色である印刷画像の耐水性に難点が生じることがないなど、諸性能にバランスのとれたインクが望まれる。最近になって本発明の分散剤と類似の化合物の使用が提案され（特開平07-316478）ていて、相応の改善効果は認められるが、印刷画像の耐水性等からいまだ必ずしも十分に満足しうるものではない。

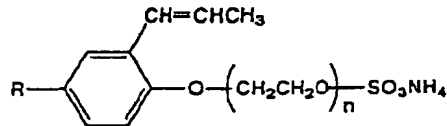
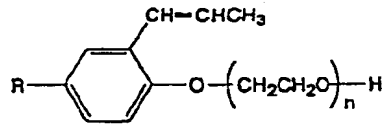
【0008】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は前に述べた従来の欠点を解決することにより、耐光性や耐水性が染料に比べて優れている顔料を着色剤として使用する場合において、インクとしての諸特性を悪化させずに長期間の分散安定性を保ち、さらに凍結溶解後も品質変化の起こらず、さらに印刷画像の耐水性にも優れたインクジェット記録用インクを提供することである。

【0009】

【課題を解決するための手段】本発明のインクジェット記録用インクは、特定の分散剤の選択により課題解決を期するものであって、具体的にはプロペニルフェノールエチレンオキシド付加体で下記構造式 (1) または (2) で表される化合物を分散剤として用いることにより、顔料を液媒体としての水あるいは水と親水性溶媒との混合系に微粒子状で安定に分散させ得るし、耐水性や耐光性の優れたインクである。

構造式



R : C6～18のアルキル基、アルケニル基、アラルキル基
n : オキシエチレン基の重合度

【0010】本発明における分散剤のオキシエチレン基の重合度nは1～200の場合が、その分散性能や印刷画像の耐水性から好ましく、特に分散性能を保ちつつ印刷画像の耐水性を高めるためには5～50の場合が好ましい。

【0011】本発明における分散剤の置換基Rは炭素数6～18のアルキル基、アルケニル基、アラルキル基のいずれかであって、例えば、アルキルではヘキシル、オクチル、ノニル、ドデシル、ヘキサデシル、オクタデシル等が、アルケニルではヘキセニル、オクテニル、ノネニル、ドデセニル、ヘキサデセニル、オクタデセニル等が、アラルキルではステシル、ベンジル、クミル等である。分散性能から炭素数が6～18であることが好ましい。オクチル、ノニル、ドデシル、ヘキサデシル、オクテニル、ノネニル、ドデセニル等はとくに好ましい。

【0012】本発明における分散剤のプロペニル基は、分散性能を保ちつつ印刷画像の耐水性を高めるために欠かせない。

【0013】本発明で使用する顔料としては、カーボンブラック、フタロシアニン系、スレン系、アゾ系、キナクリドン系、ジオキサジン系、アンスラキノ系、インジゴ系、チオインジゴ系、アゾメチン系、ペリレン系、ペリノン系、イソインドリノン系、酸化チタン、その他の金属酸化物系が挙げられる。

【0014】本発明で液媒体として使われるのは、水あるいは水と親水性溶媒の混合液である。親水性溶媒としては、エタノール、ノルマルプロパノール、イソプロパノール、ノルマルブタノール、セカンダリブタノール、シクロヘキサノール等のアルコール類、モノエタノールアミン、ジエタノールアミン、トリエタノールアミン、N、N-ジメチルエタノールアミン、アミノエチルエタノールアミン、モルホリン等のアルカノールアミン類、エチレングリコール、ジエチレングリコール、トリプロピレングリコール、グリセリン等の多価アルコール類、エチレングリコールジメチルエーテル、エチレングリコールモノメチルエーテル、トリエチレングリコールモノ

メチルエーテル、エチレングリコールモノブチルエーテル、トリプロピレングリコールモノメチルエーテル等のグリコールエーテル類等が挙げられる。

【0015】上記分散剤、顔料、水および親水性溶媒は、互いの親和性や顔料の分散安定性およびインクの粘度等、所望の特性を満足しうるように選択して使用される。

【0016】本発明のインクジェット記録用インクにおいて使用する顔料の使用割合は、被記録体に十分な着色濃度を与える濃度であればいずれの濃度でも良いが、一般的にはインク組成物中で1から10重量%を占める割合が好ましい。

【0017】本発明の分散剤のインクジェット記録用インクにおける使用量は、顔料の種類や銘柄によって異なり、インクジェット記録用インクの粘度によっても一概に規定しうるものではないが、顔料100重量部に対して大体10から100重量部の割合で使用するのが好ましい。

【0018】液媒体には水あるいは水と親水性溶媒の混合系が使用されるが、混合系における親水性溶媒の使用割合は水100重量部に対して大体100重量部以下であることが好ましい。

【0019】さらに本発明では、当該分野ですでに知られている添加剤、例えば防腐剤等々の添加剤を必要に応じて添加することが可能である。

【0020】本発明のインクジェット記録用インクは、上記の構成成分および配合割合からなり、この製造にあたっては各種の方法が採用できる。たとえば、上記の各種成分を配合し、これをボールミル、サンドグラインダーミル、スピードラインミル、ロールミル等、従来公知の分散機により顔料を混合摩砕したのち、濃度や粒度その他の物性値を調整し濾過や遠心分離等で粗大粒子を除去しインクを得ることができる。

【0021】以下、本発明について実施例を挙げて説明する。なお文中にて部とは重量部のことである。

【0022】(実施例1)

カーボンブラック (商品名 : MA-100、三菱化学製)	30.0部
ノニルプロペニルフェノールエチレンオキシド20モル付加体	40.0部
エチレングリコール	28.0部

5	6
水	50.0部
防腐剤（商品名：プロクセルGXL、ICI製）	2.0部
上記成分を混合したのちボールミルにて分散処理を行ってカーボンブラック分散液を得た。このカーボンブラック分散液に	
グリセリン	50.0部
ジエチレングリコール	150.0部
苛性ソーダ	1.0部
水	649.0部
を加えて混合攪拌したのち、遠心分離にかけ粗大粒子を取り除き、顔料濃度が3.0%のインクジェットプリンター用インクを得た。	
【0023】（実施例2）	
カーボンブラック	30.0部
（商品名：ラーベン1255、コロンビヤカーボン日本製）	
ノニルプロペニルフェノールエチレンオキシド20モル付加体の	
硫酸エステルアンモニウム塩	10.0部
エチレングリコール	30.0部
水	80.0部
防腐剤（商品名：プロクセルGXL、ICI製）	2.0部
上記成分を混合したのちボールミルにて分散処理を行ってカーボンブラック分散液を得た。このカーボンブラック分散液に	
グリセリン	200.0部
プロピレングリコール	50.0部
アンモニア水	2.0部
水	596.0部
を加えて混合攪拌したのち、遠心分離にかけ粗大粒子を取り除き、顔料濃度が3.0%のインクジェットプリンター用インクを得た。	
【0024】（実施例3）	
ベンジジンエロー	40.0部
（商品名：シムラファストエローRF、大日本インキ製）	
オクチルプロペニルフェノールエチレンオキシド30モル付加体の	15.0部
エチレングリコール	50.0部
水	53.0部
防腐剤（商品名：プロクセルGXL、ICI製）	2.0部
上記成分を混合したのちサンドグライNDERミルにて分散処理を行ってベンジジンエロー分散液を得た。このベンジジンエロー分散液に	
ジエチレングリコール	200.0部
水	640.0部
を加えて混合攪拌したのち、遠心分離にかけ粗大粒子を取り除き、顔料濃度が4.0%のインクジェットプリンター用インクを得た。	
【0025】（実施例4）	
キナクリドンレッド	30.0部
（商品名：ファストゲンスーパーマゼンタRE-01、大日本インキ製）	
ノニルプロペニルフェノールエチレンオキシド20モル付加体の	
硫酸エステルアンモニウム塩	15.0部
エチレングリコール	30.0部
水	73.0部
防腐剤（商品名：プロクセルGXL、ICI製）	2.0部
上記成分を混合したのちサンドグライNDERミルにて分散処理を行ってキナクリドンレッド分散液を得た。このキナクリドンレッド分散液に	
グリセリン	200.0部
アンモニア水	2.0部
水	648.0部
を加えて混合攪拌したのち、遠心分離にかけ粗大粒子を取り除き、顔料濃度が3.0%のインクジェットプリン	

7

ター用インクを得た。

フタロシアニンブルー

(商品名: リオノールブルーFG-7330、東洋インキ製)

オクチルプロペニルフェノールエチレンオキシド50モル付加体 10.0部

エチレングリコール 20.0部

水 98.0部

防腐剤 (商品名: プロクセルGXL、ICI製) 2.0部

上記成分を混合したのちサンドグライNDERミルにて分散処理を行ってフタロシアニンブルー分散液を得た。こ

ジエチレングリコール

200.0部

エチレングリコールジメチルエーテル

10.0部

トリエタノールアミン

5.0部

水

635.0部

を加えて混合攪拌したのち、遠心分離にかけ粗大粒子を取り除き、顔料濃度が2.0%のインクジェットプリンター用インクを得た。

【0027】(比較例1) 実施例1の分散剤に代えてポリオキシエチレンラウリルエーテル (商品名 エマルゲン120、花王製) の25%水溶液を配合したこと以外は実施例1と同様にしてインクジェットプリンター用インクを得た。

【0028】(比較例2) 実施例2の分散剤に代えてポリオキシエチレンオレイルエーテル (商品名 エマルゲン420、花王製) の92%水溶液を配合したこと以外は実施例2と同様にしてインクジェットプリンター用インクを得た。

【0029】(比較例3) 実施例3の分散剤に代えてβ-ナフタレンスルホン酸ソーダホルマリン縮合物のナトリウム塩 (商品名・デモールN、花王製) を配合したこと以外は実施例3と同様にしてインクジェットプリンター用インクを得た。

【0030】(比較例4) 実施例4の分散剤に代えてステレン-αメチルスルホン酸-アクリル酸共重合体 (商品名: ジョンクリル62、有効成分34%、ジョンソンポリマー製) を40.0部、分散前に加える水を73.0部から48.0部に変更して配合したこと以外は実施例4と同様にしてインクジェットプリンター用インクを得た。

【0031】(比較例5) 実施例5の分散剤に代えてポリビニルピロリドン (商品名: ルビスコールK-30、有効成分95%、BASF製) の40%水溶液を配合したこと以外は実施例5と同様にしてインクジェットプリンター用インクを得た。

【0032】(実施例6) 実施例1~5および比較例1~5の各インクをインクカートリッジ (ヒューレットパッカード社製、ノズル径50μm) に充填し、インクが吐出することを確認したのち、そのインクを60℃で12時間、-20℃で12時間放置するサイクル試験を7サイクル行った後で顕微鏡にて分散状態の確認とインクカートリッジに充填してインクの吐出の可否を調べた。

8

【0026】(実施例5)

20.0部

のフタロシアニンブルー分散液に

判定結果を表1にまとめて示した。

【0033】

【表1】

	初期		サイクル試験後	
	分散状態	吐出状態	分散状態	吐出状態
実施例1	良好	良好	良好	良好
比較例1	良好	良好	凝集している	印字不能
実施例2	良好	良好	良好	良好
比較例2	良好	良好	凝集している	印字不能
実施例3	良好	良好	良好	良好
比較例3	良好	良好	凝集している	印字不能
実施例4	良好	良好	良好	良好
比較例4	良好	良好	凝集している	印字不能
実施例5	良好	良好	良好	良好
比較例5	良好	良好	凝集している	印字不能

【0034】(比較例6) 実施例1の分散剤に代えてノニルフェノールエチレンオキシド20モル付加体を配合したこと以外は、実施例1と同様にしてインクジェットプリンター用インクを得た。このインクの分散状態および吐出状態は、初期もサイクル試験後も良好であった。これらのインクで、普通紙とコート紙に対して印刷を行い、印刷物を50℃の水に浸漬し耐水性を比較した。

【0035】普通紙の場合は、印刷文字にしみは見られなかったが、コート紙の場合には印刷文字にしみが見られた。また、ノニルフェノールエチレンオキシド50モル付加体を代用した場合も同様であった。一方、実施例1のインクによる印刷物について同様の試験をしたが、本発明の他の実施例の場合と同じく、普通紙でもコート紙でも文字のしみは見られなかった。

【0036】本発明は方法および製品について各種の変化および変性手段を取ることができる。上述した各種の実施例は、本発明の内容を明確にするためのものであって、本発明を制限するためのものではない。

【0037】

【発明の効果】本発明によれば、耐水性、耐光性に優れ、かつ高温から凍結までの温度変化に対する分散安定性に優れたインクジェット記録用インクを得ることができる。